



Minyak kelapa mentah



© BSN 2011

Hak cipta dilindungi undang-undang. Dilarang menyalin atau menggandakan sebagian atau seluruh isi dokumen ini dengan cara dan dalam bentuk apapun dan dilarang mendistribusikan dokumen ini baik secara elektronik maupun tercetak tanpa izin tertulis dari BSN

BSN
Gd. Manggala Wanabakti
Blok IV, Lt. 3,4,7,10.
Telp. +6221-5747043
Fax. +6221-5747045
Email: dokinfo@bsn.go.id
www.bsn.go.id

Diterbitkan di Jakarta

Daftar isi

1	Ruang lingkup.....	1
2	Acuan normatif.....	1
3	Istilah dan definisi	1
4	Komposisi	1
5	Syarat mutu	1
6	Pengambilan contoh	2
7	Cara uji	2
8	Syarat lulus uji	3
9	Higiene.....	3
10	Pengemasan.....	3
	Lampiran A (normatif) Cara uji minyak kelapa mentah.....	4



Prakata

Standar Nasional Indonesia (SNI) Minyak kelapa mentah ini merupakan revisi dari SNI 01-2902-1992 Minyak kelapa. Standar ini direvisi dan dirumuskan dengan tujuan sebagai berikut :

- Menyesuaikan standar dengan perkembangan teknologi terutama dalam ruang lingkup, persyaratan mutu dan metode uji;
- Menyesuaikan standar dengan peraturan-peraturan baru yang berlaku.
- Melindungi kesehatan konsumen;
- Menjamin perdagangan pangan yang jujur dan bertanggung jawab;
- Mendukung perkembangan dan diversifikasi produk industri minyak kelapa mentah.

Standar ini dirumuskan dengan memperhatikan ketentuan pada :

1. Undang-Undang Republik Indonesia No.5 Tahun 1984 tentang Perindustrian.
2. Undang-Undang Republik Indonesia No.7 Tahun 1996 tentang Pangan.
3. Undang-Undang Republik Indonesia No.8 Tahun 1999 tentang Perlindungan Konsumen.
4. Undang-Undang Republik Indonesia No.36 Tahun 2009 tentang Kesehatan.
5. Peraturan Pemerintah No.69 Tahun 1999 tentang Label dan Iklan Pangan.
6. Peraturan Pemerintah No.28 Tahun 2004 tentang Keamanan, Mutu, dan Gizi Pangan.
7. Peraturan Menteri Perindustrian RI Nomor. 24/M-Ind/Per/2/2010 tentang Pencantuman Logo Tara Pangan dan Kode Daur Ulang pada Kemasan Pangan dari Plastik.
8. Peraturan Menteri Perindustrian Republik Indonesia No. 75/M-IND/PER/7/2010 tentang Pedoman Cara Produksi Pangan Olahan yang Baik (*Good Manufacturing Practices*).
9. Surat Keputusan Kepala Badan Pengawas Obat dan Makanan Republik Indonesia No. HK.00.05.52.4040 Tahun 2006 tentang Kategori Pangan.
10. Peraturan Kepala Badan Pengawas Obat dan Makanan Republik Indonesia No. HK.00.06.1.52.4011 Tahun 2009 tentang Penetapan Batas Maksimum Cemaran Mikroba dan Kimia dalam Makanan.

Standar ini dirumuskan oleh Panitia Teknis 67-04, Makanan dan Minuman, Kementerian Perindustrian, yang telah dibahas melalui rapat teknis, dan disepakati dalam rapat konsensus pada tanggal 11 Oktober 2010 di Jakarta. Hadir dalam rapat tersebut wakil dari konsumen, produsen, lembaga pengujian, lembaga ilmu pengetahuan dan teknologi, Badan Pengawas Obat dan Makanan dan instansi terkait lainnya.

Standar ini telah melalui proses jajak pendapat pada tanggal 27 April 2011 sampai dengan tanggal 26 Juni 2011 dengan hasil akhir RASNI.

Minyak kelapa mentah

1 Ruang lingkup

Standar ini menetapkan istilah dan definisi, syarat mutu, pengambilan contoh, dan cara uji minyak kelapa mentah.

Standar ini tidak berlaku untuk minyak kelapa yang sudah mengalami proses pemurnian menjadi minyak goreng.

2 Acuan normatif

SNI 19-0429, *Petunjuk pengambilan contoh cairan dan semi padat*

3 Istilah dan definisi

3.1

minyak kelapa mentah

minyak hasil ekstraksi dari daging kelapa segar, atau kopra atau pengepresan kopra

4 Komposisi

4.1 Bahan baku

daging kelapa segar atau kopra

5 Syarat mutu

Syarat mutu minyak kelapa mentah sesuai Tabel 1 di bawah ini.

Tabel 1 - Syarat mutu minyak kelapa mentah

No	Kriteria uji	Satuan	Persyaratan
1	Keadaan		
1.1	Bau	-	normal
1.2	Warna (lovibond 5,25" cell)	merah/kuning	maks. 15/75
2	Kadar Air dan kotoran (b/b)	%	maks. 0,5
3	Bilangan lod	g lod/100 g contoh	7 – 11,0

Tabel 1 (lanjutan)

No	Kriteria uji	Satuan	Persyaratan
4	Bilangan penyabunan	mg KOH/g contoh	248 – 265
5	Asam lemak bebas (dihitung sebagai asam laurat)	%	maks. 5
6	Bahan tidak tersabunkan (b/b)	%	maks 1,0
7	Cemaran logam :		
7.1	Kadmium (Cd)	mg/kg	maks. 0,2
7.2	Timbal (Pb)	mg/kg	maks. 0,1
7.3	Timah (Sn)	mg/kg	maks. 40,0/250*
7.4	Merkuri (Hg)	mg/kg	maks. 0,05
8	Cemaran arsen (As)	mg/kg	maks. 0,1
Catatan : * Dalam kemasan kaleng			

6 Pengambilan contoh

Cara pengambilan contoh sesuai dengan SNI 19-0429.

7 Cara uji

Cara uji untuk minyak kelapa mentah seperti di bawah ini:

- a) Persiapan contoh sesuai Lampiran A.1
- b) Cara uji keadaan sesuai Lampiran A.2
 - Cara uji bau sesuai Lampiran A.2.1
 - Cara uji warna (*lovibond 5,25" cell*) sesuai Lampiran A.2.2
- c) Cara uji kadar air dan kotoran sesuai Lampiran A.3
 - Cara uji kadar air sesuai Lampiran A.3.1
 - Cara uji kadar kotoran sesuai Lampiran A.3.2
- d) Cara uji bilangan iod sesuai Lampiran A.4
- e) Cara uji bilangan penyabunan sesuai Lampiran A.5
- f) Cara uji asam lemak bebas sesuai Lampiran A.6
- g) Cara uji bahan tidak tersabunkan sesuai Lampiran A.7
- h) Cara uji cemaran logam sesuai Lampiran A.8
 - Cara uji kadmium (Cd) dan timbal (Pb) sesuai Lampiran A.8.1
 - Cara uji timah (Sn) sesuai Lampiran A.8.2
 - Cara uji merkuri (Hg) sesuai Lampiran A.8.3

- i) Cara uji cemaran arsen (As) sesuai Lampiran A.9

8 Syarat lulus uji

Produk dinyatakan lulus uji apabila memenuhi syarat mutu sesuai Pasal 5.

9 Higiene

Cara memproduksi produk yang higienis termasuk cara penyiapan dan penanganannya sesuai dengan ketentuan yang berlaku tentang Pedoman Cara Produksi Pangan Olahan yang Baik.

10 Pengemasan

Produk dikemas dalam wadah yang tertutup rapat, tidak dipengaruhi atau mempengaruhi isi, aman selama penyimpanan dan pengangkutan.



Lampiran A
(normatif)
Cara uji minyak kelapa mentah

A.1 Persiapan contoh

Persiapan contoh terdiri atas persiapan contoh untuk uji organoleptik dan uji kimia. Pengambilan contoh untuk uji organoleptik dilakukan pertama, kemudian dilanjutkan dengan pengambilan contoh untuk uji kimia.

A.1.1 Persiapan contoh untuk uji organoleptik

Buka kemasan contoh minyak kelapa dan ambil contoh secukupnya kemudian tempatkan dalam botol contoh yang bersih dan kering.

A.1.2 Persiapan contoh untuk uji kimia

Buka kemasan contoh minyak kelapa dan ambil contoh sebanyak 400 g kemudian tempatkan dalam botol contoh yang bersih dan kering.

A.2 Keadaan

A.2.1 Bau

A.2.1.1 Prinsip

Pengamatan contoh uji dengan indera penciuman yang dilakukan oleh panelis yang terlatih dan kompeten untuk pengujian organoleptik.

A.2.1.2 Cara kerja

- a) Ambil contoh uji secukupnya dan letakkan di atas gelas arloji yang bersih dan kering;
- b) cium contoh uji untuk mengetahui baunya; dan
- c) lakukan pengerjaan minimal oleh 3 orang panelis yang terlatih atau 1 orang tenaga ahli.

A.2.1.3 Cara menyatakan hasil

- a) Jika tercium bau khas minyak kelapa, maka hasil dinyatakan "normal"; dan
- b) jika tercium selain bau khas minyak kelapa, maka hasil dinyatakan "tidak normal".

A.2.2 Warna

A.2.2.1 Prinsip

Pengukuran kepekatan warna minyak kelapa mentah dengan merujuk kepada perpaduan warna merah (red), dan kuning (yellow) menggunakan alat Lovibond Tintometer.

A.2.2.2 Peralatan

- a) Lovibond Tintometer yang dilengkapi dengan skala warna:
 - Merah : 0,1 - 0,9; 1,0 - 9,0; 10,0 - 70,0
 - Kuning : 0,1 - 0,9; 1,0 - 9,0; 10,0 - 70,0
- b) Kuvet (cell) 5,25

A.2.2.3 Cara kerja

- a) Tambah 0,5 g tanah diatome (diatomaceous earth) ke dalam 300 g contoh uji, kocok selama 2,5 menit pada 250 rpm, kemudian saring dengan kertas saring.
- b) Isi 2/3 kuvet dengan contoh uji (hasil saringan), lalu letakkan di dalam *cell holder* Lovibond dan tutup;
- c) amati melalui lubang pengintai, ukur warna contoh uji dengan cara menyamakan warna pada sisi sebelah kanan dengan sisi sebelah kiri;
- d) lakukan penyamaan warna dengan cara menggeser-geser tombol-tombol dari filter warna standar yang tersedia;
- e) penetapan dilakukan sekurang-kurangnya duplo;
- f) khusus untuk peralatan yang pengukurannya dilakukan secara manual, lakukan pembacaan sekurang-kurangnya oleh 2 operator terlatih dengan menggunakan alat dan pada laboratorium yang sama. Perbedaan hasil uji tidak boleh melebihi angka di bawah ini:

Baca warna:

- < 0,9 R : 0,2 R
- 1,0 – 2,9 R: 0,4 R
- 3,0 – 4,0 R: 0,5 R
- 4,1 – 12 R: 1,0 R

A.2.2.4 Cara menyatakan hasil

Warna yang dibaca dalam angka skala merah dinyatakan R, dan dalam angka skala kuning dinyatakan Y

A.3 Kadar air dan kotoran**A.3.1 Kadar Air****A.3.1.1 Prinsip**

Kehilangan bobot pemanasan pada suhu $(103 \pm 2) ^\circ\text{C}$ dianggap sebagai kadar air yang terdapat dalam contoh.

A.3.1.2 Peralatan

- a) Oven terkalibrasi
- b) Neraca analitik; terkalibrasi dengan ketelitian 0,1 mg
- c) Pinggan alumunium tertutup dengan diameter 4 cm – 5 cm, dalamnya 4 cm
- d) Desikator berisi desikan.

A.3.1.3 Cara kerja

- Panaskan pinggan alumunium berisi pasir laut kering dan pengaduk pada oven dengan suhu $103 \pm 2^{\circ}\text{C}$ selama 1 jam;
- dinginkan dalam desikator selama 20 sampai dengan 30 menit
- timbang dan catat bobotnya (W_0);
- timbang contoh uji sebanyak 5 gram pada pinggan alumunium yang sudah didapat bobotnya (W_1)
- panaskan dalam oven pada suhu $103 \pm 2^{\circ}\text{C}$ selama satu jam;
- dinginkan dalam desikator selama 20 sampai dengan 30 menit
- timbang pinggan alumunium yang berisi contoh uji tersebut (W_2); dan
- ulangi pemanasan dan penimbangan sampai diperoleh bobot tetap.

A.3.1.4 Perhitungan

Kadar air dinyatakan sebagai % (b/b), dihitung sampai dua desimal dengan menggunakan rumus :

$$\text{Kadar air} = \frac{W_1 - W_2}{W_1 - W_0} \times 100\%$$

Keterangan :

W_0 adalah bobot pinggan alumunium kosong

W_1 adalah bobot contoh sebelum pengeringan

W_2 adalah bobot contoh setelah pengeringan

A.3.1.5 Ketelitian

Kisaran hasil dua kali ulangan maksimal 10% dari nilai rata-rata hasil kadar air. Jika kisaran lebih besar dari 10%, maka uji harus diulang kembali.

A.3.2 Penentuan Kadar Kotoran

A.3.2.1 Prinsip

Kadar kotoran dihitung sebagai bahan yang terkandung dalam minyak kelapa yang tidak larut dalam n-heksan atau *petroleum eter*.

A.3.2.2 Peralatan

- Neraca analitik terkalibrasi dengan ketelitian 0,1 mg;
- Alat penyaring :
 - Corong gelas (corong *Buchner*), yang dilapisi kertas saring;
 - Cawan *Gooch* yang dilapisi *Fiber glass* dan kertas saring , atau cawan kaca masir yang dilapisi kertas saring.
 - Pompa vacuum
- Gelas piala 100 mL;
- Oven terkalibrasi;
- Desikator berisi desikan;

f) Penangas air;

A.3.2.3 Pereaksi

Pelarut n-heksan atau petroleum ether dengan titik didih 40 °C sampai 60 °C.

A.3.2.4 Cara Kerja

- Timbang 5 g contoh uji ke dalam piala gelas 100 mL (W_0);
- Tambahkan 50 mL pelarut ke dalam contoh tersebut dan panaskan pada penangas air sambil digoyang-goyang sampai minyak larut semua;
- Cuci alat penyaring yang akan dipakai dengan pelarut, keringkan dalam oven pada suhu 101 °C selama 30 menit, dinginkan dalam desikator selama 15 menit, timbang (W_1);
- Saring melalui alat penyaring yang telah disiapkan sebelumnya (c);
- Lakukan pencucian beberapa kali dengan menggunakan pelarut setiap kalinya 10 mL sampai alat penyaringnya bersih dari minyak;
- Keringkan alat penyaring dengan seluruh isinya dalam oven pada suhu 101 °C \pm 1 °C selama 30 menit. Dinginkan dalam desikator selama 15 menit, timbang beratnya (W_2);
- Ulangi pengeringan, pendinginan dan penimbangan seperti di atas hingga bobot tetap.

A.3.2.5 Perhitungan

Hasil uji dihitung berdasarkan rumus di bawah ini dan dinyatakan dalam 2 desimal.

$$\% \text{ Kadar kotoran} = \frac{W_2 - W_1}{W_0} \times 100 \%$$

Keterangan :

W_0 = berat contoh uji (g)

W_1 = berat wadah (g)

W_2 = berat wadah setelah dikeringkan (g)

Kadar air dan kotoran adalah jumlah kadar air (A.3.1) dan kotoran (A.3.2)

A.3.2.6 Ketelitian

Kisaran hasil dua kali ulangan maksimal 10 % dari nilai rata-rata kotoran. Jika kisaran lebih besar dari 10 %, maka uji harus diulang kembali.

A.4 Bilangan iod

A.4.1 Prinsip

Penambahan larutan iodium monoklorida dalam campuran asam asetat dan sikloheksan ke dalam contoh. Setelah melewati waktu tertentu dilakukan penetapan halogen yang dibebaskan dengan penambahan kalium iodida (KI). Banyaknya iod yang dibebaskan dititrasi dengan larutan standar natrium tiosulfat dan indikator kanji.

A.4.2 Peralatan

- Neraca analitik, ketelitian 0,1 mg, terkalibrasi;

- b) Erlenmeyer 500 mL bertutup asah;
- c) Pipet gondok 25 mL, terkalibrasi;
- d) Buret 50 mL, ketelitian 0,1 mL, terkalibrasi.

A.4.3 Perekasi

- a) Cyclohexane
- b) Asam asetat
- c) Larutan kalium iodida (KI) 20 %, larutkan 20 g kalium iodida dalam 100 mL air suling.
- d) Larutan natrium tiosulfat 0,1 N.
Timbang 248 natrium tiosulfat. Larutkan dengan air suling bebas CO₂ dan masukkan ke dalam labu ukur 1 liter kemudian tera dan himpitkan. Encerkan 100 mL larutan natrium tiosulfat 1 N ke dalam labu ukur 1 liter dan tera labu ukur sampai tanda garis dengan air suling bebas CO₂.
- e) Indikator larutan kanji 0,5 %. 0,5 g serbuk kanji dididihkan dengan 100 mL air suling.
- f) Larutan wijs siap pakai atau dibuat dengan cara :
Pembuatan:
Timbang 13 g iod dilarutkan ke dalam 1 liter asam asetat pekat lalu dialiri gas khlor (tidak boleh berlebihan), sehingga sejumlah khlor yang terikat setara dengan iod yaitu diperlukan 3,6 g khlor.
Untuk mengetahui apakah jumlah tersebut sudah cukup, erlenmeyer berisi larutan asam asetat ditimbang sebelum dan sesudah dialiri gas khlor atau dengan memperhatikan perubahan warna dari coklat tua menjadi coklat kekuning-kuningan. Larutan wijs dimasukkan ke dalam botol berwarna dan disimpan di tempat gelap pada suhu kurang dari 30 °C.

A.4.4 Cara kerja

- a) Timbang dengan teliti 1 gram contoh uji (W) ke dalam erlenmeyer 500 mL, bertutup asah;
- b) tambahkan 15 mL pelarut (sikloheksan : asam asetat, 1 : 1) dengan menggunakan gelas ukur untuk melarutkan lemak;
- c) tambahkan dengan tepat 25 mL larutan wijs dengan menggunakan pipet gondok (jangan dipipet dengan mulut), kemudian tutuplah erlenmeyer tersebut;
- d) simpan selama 1 jam dalam tempat/ruang gelap;
- e) tambahkan 10 mL larutan KI 20% dan 100 mL air suling. Tutup erlenmeyer dengan segera, kocok dan titar dengan larutan natrium tiosulfat 0,1 N dan larutan kanji sebagai indikator;
- f) lakukan penetapan duplo;
- g) lakukan penetapan blanko; dan
- h) hitung bilangan iod dalam contoh.

A.4.5 Perhitungan

Bilangan iod dinyatakan sebagai gram iod yang diserap per 100 gram dihitung sampai dua desimal dengan menggunakan rumus:

$$\text{Bilangan iod} = \frac{(V_0 - V_1) \times N \times 12,69}{W}$$

Keterangan :

N adalah normalitas larutan standar natrium tiosulfat 0,1 N

- V_0 adalah volume larutan tio 0,1 N yang diperlukan pada penitaran blanko, dinyatakan dalam mililiter (mL).
 V_1 adalah volume larutan tio 0,1 N yang diperlukan pada penitaran contoh, dinyatakan dalam mililiter (mL).
 W adalah bobot contoh uji, (g).

A.4.6 Ketelitian

Kisaran hasil dua kali ulangan maksimal 5 % dari nilai rata-rata hasil bilangan iod. Jika kisaran lebih besar dari 5 %, maka uji harus diulang kembali.

A.5 Bilangan Penyabunan

A.5.1 Prinsip

Penyabunan contoh dengan larutan kalium hidroksida dalam etanol di bawah pendingin tegak dan penitaran kelebihan kalium hidroksida dengan asam klorida dan indikator fenolftalein.

A.5.2 Peralatan

- Neraca analitik, dengan ketelitian 0,1 mg, terkalibrasi;
- Penangas air atau pemanas listrik.
- Erlenmeyer 300 mL;
- Pendingin tegak yang panjangnya 1 m;
- Pipet volumetri 25 mL, terkalibrasi;
- Buret 50 mL dengan ketelitian 0,01 mL, terkalibrasi;

A.5.3 Pereaksi

- Kalium hidroksida 0,5 N dalam etanol 95 %
Timbang KOH sebanyak kira-kira 40 g dan dilarutkan dengan 25 mL air suling, kemudian encerkan dengan etanol 95 % sampai 1 liter dan simpan dalam botol coklat
- Asam klorida, HCl 0,5 N
Larutkan 41,5 mL (HCl 37% bj 1,19) menjadi 1 liter dengan air suling.
- Indikator larutan fenolftalein 0,5 %.
Larutkan 0,5 g fenolftalein dalam alkohol 95 % ke dalam labu ukur 100 mL.

A.5.4 Cara kerja

- Timbang kira-kira 2 g contoh uji (W) ke dalam labu Erlenmeyer 250 mL ;
- tambahkan 25 mL KOH alkohol 0,5 dengan menggunakan pipet dan beberapa butir batu didih;
- hubungkan Erlenmeyer dengan pendingin tegak dan didihkan di atas penangas air atau pemanas listrik selama 1 jam;
- tambahkan 0,5 – 1 mL fenolftalein ke dalam larutan tersebut dan titar dengan asam klorida (HCl) 0,5 N sampai warna indikator berubah menjadi tidak berwarna;
- kerjakan penetapan duplo;
- kerjakan penetapan blanko; dan
- hitung bilangan penyabunan dalam contoh.

A.5.5 Perhitungan

Bilangan penyabunan dinyatakan sebagai miligram KOH per gram lemak dihitung sampai satu desimal dengan menggunakan rumus:

$$\text{Bilangan penyabunan} = \frac{56,10 \times N \times (V_0 - V_1)}{W}$$

Keterangan :

V_0 adalah volume HCl 0,5 N yang diperlukan pada penitaran blanko, dinyatakan dalam mililiter (mL).

V_1 adalah volume HCl 0,5 N yang diperlukan pada penitaran contoh, dinyatakan dalam mililiter (mL).

N adalah Normalitas HCl 0,5 N

W adalah bobot contoh uji (g).

A.5.6 Ketelitian

Kisaran hasil dua kali ulangan maksimal 2 % dari nilai rata-rata hasil bilangan penyabunan. Jika kisaran lebih besar dari 2 %, maka uji harus diulang kembali.

A.6 Asam lemak bebas

A.6.1 Prinsip

Pelarutan contoh lemak/minyak dalam pelarut organik tertentu (alkohol 96 % netral) dilanjutkan dengan penitaran basa (NaOH atau KOH).

A.6.2 Peralatan

- a) Neraca analitik, ketelitian 0,1 mg.
- b) Erlenmeyer 250 mL.
- c) Buret 10 mL atau 50 mL, terkalibrasi.

A.6.3 Pereaksi

- a) Larutan alkohol 95 % netral
Masukkan alkohol 95 % sebanyak yang diperlukan ke dalam Erlenmeyer, tetesi dengan beberapa tetes indikator fenolftalein kemudian dititrasi dengan larutan standar NaOH 0,1 N sampai terbentuk warna merah muda.
- b) Indikator fenolftalein (PP) 0,5 %
Larutkan 0,5 g fenolftalein dalam 100 mL etanol 95%
- c) Larutkan standar NaOH 0,1 N
 - Pembuatan larutan NaOH 50 % (larutan sorenson)
Larutkan 100 g NaOH dalam air suling bebas CO₂ sebanyak 100 mL.
 - Pembuatan larutan standar NaOH 0,1 N
Larutkan 5,26 mL NaOH 50 % (19 N) ke dalam labu ukur 1000 mL dan ditera sampai tanda garis dengan air suling bebas CO₂. Tetapkan normalitas larutan tersebut.

A.6.4 Cara kerja

- Timbang dengan seksama 30 g (W) sampai dengan 50 g contoh ke dalam Erlenmeyer 250 mL.
- Tambahkan 50 mL etanol 95 % netral.
- Tambahkan 3 tetes – 5 tetes indikator PP dan titar dengan larutan standar NaOH 0,1 N hingga warna merah muda tetap (tidak berubah selama 15 detik).
- Lakukan penetapan duplo.
- Hitungan bilangan asam/kadar asam lemak bebas/derajat asam dalam contoh.

A.6.5 Perhitungan

Asam lemak bebas (dihitung sebagai asam laurat), dinyatakan sebagai persen asam lemak, dihitung sampai dua desimal dengan menggunakan rumus :

$$\% \text{ Asam lemak bebas (sebagai asam laurat) } = \frac{V \times N \times 200}{W} \times 100 \%$$

Keterangan :

V adalah volume NaOH yang diperlukan dalam penitaran, dinyatakan dalam mililiter (mL).

N adalah normalitas NaOH

W adalah bobot contoh uji, (g)

200 adalah bobot molekul asam laurat

A.7 Bahan tidak tersabunkan

A.7.1 Prinsip

Penyabunan lemak dengan hidroksida-etanolik, kemudian ekstraksi bagian yang tidak tersabunkan dengan suatu pelarut dietil-eter atau heksana.

A.7.2 Peralatan

- Neraca analitik terkalibrasi dengan ketelitian 0,1 mg
- Oven
- Penangas air
- Erlenmeyer bertutup asah 250 mL.
- Pendingin refluks
- Corong pemisah 250 mL
- Desikator berisi desikan

A.7.3 Pereaksi

- Alkohol 95 %
- Petroleum eter b.p 40 – 60 °C
- Larutan kalium hidroksida (KOH) 50 % : Larutkan 60 g KOH dalam 40 mL air suling
- Larutan standar NaOH 0,02 N :
- Aseton
- Larutan fenolftalein 0,5 % (lihat Lampiran A.5.3.c)

A.7.4 Cara kerja

- Timbang lebih kurang 5 g \pm 0,1 mg contoh uji (W), masukkan ke dalam erlenmeyer 250 mL;

- b) Tambah 30 mL alkohol dan 5 mL larutan KOH dan beberapa butir batu didih, refluks di atas penangas air selama 1 jam;
- c) Hentikan pemanasan, tambahkan 50 mL air suling melalui bagian atas kondensor, goyangkan dan dinginkan pada suhu kamar (25 °C);
- d) Setelah dingin, pindahkan larutan ke dalam corong pemisah. Bilas labu dan batu didih beberapa kali dengan petroleum eter (5 x 10 mL untuk semua pembilasan) dan tuangkan ke dalam corong pemisah, kocok dengan kuat selama satu menit. Pengocokan dilakukan beberapa kali;
- e) Biarkan sampai larutan terpisah dua fase secara sempurna, kemudian alirkan larutan sabun ke dalam labu pemisah kedua;
- f) Ekstrak larutan sabun alkohol 2 kali lagi, tiap kali dengan 50 mL petroleum eter dengan cara yang sama. Campurkan ketiga ekstrak petroleum eter ke dalam corong pemisah.
- g) Cuci ekstrak eter dua kali dengan larutan 20 mL Natrium Hidroksida 0,5 M dan sedikitnya 20 mL air sampai air cucianya tidak berbau alkalin dengan menggunakan fenolftalein.
- h) Cuci larutan eter 3 kali dengan 50 mL campuran alkohol dan air suling, tiap kali kocok dengan kuat, lalu buang lapisan bawah setelah terpisah. Teruskan pencucian sampai air pencucian tidak lagi memberikan warna merah pada penambahan setetes larutan pp.
- i) Pindahkan larutan yang mengandung eter secara kuantitatif dengan cepat melalui bagian atas corong pemisah ke dalam labu yang telah dikeringkan dan diketahui bobotnya.
- j) Uapkan pelarut di atas penangas air.
- k) Tambahkan 2-3 mL aseton dan hilangkan pelarut dengan sempurna dengan bantuan aliran udara. Pegang labu dengan miring sambil menggoyangkan atas penangas air. Keringkan sisa (residu) di dalam oven pada suhu 100 °C selama 30 menit, tambahkan labu secara horisontal.
- l) Dinginkan di atas 1 jam dalam eksikator dan timbang. Ulangi pengeringan pendinginan dan penimbangan sampai bobotnya tetap (A).
- m) Tambah 50 mL larutan alkohol netral 95 % hangat ke dalam residu di atas. Titar dengan larutan baku NaOH 0,02 N (B)
- n) Koreksi bobot residu dari kandungan asam lemak bebas (1 mL NaOH 0,02 N setara dengan 0,0056 g asam oleat)
- o) Lakukan blanko (C)

A.7.5 Perhitungan

$$\text{Bagian yang tidak tersabunkan (\%)} : \frac{A - (B + C)}{W} \times 100$$

Keterangan :

- W : bobot contoh uji (g)
- A : bobot residu (g)
- B : bobot asam lemak (g)
- C : bobot blanko (g)

A.8 Cemarkan logam

A.8.1 Kadmium (Cd) dan timbal (Pb)

A.8.1.1 Prinsip

Destruksi contoh dengan cara pengabuan kering pada suhu 450 °C yang dilanjutkan dengan pelarutan dalam larutan asam. Logam yang terlarut dihitung menggunakan alat

Spektrofotometer Serapan Atom (SSA) dengan panjang gelombang maksimal 228,8 nm untuk Cd dan 283,3 nm untuk Pb.

A.8.1.2 Peralatan

- Spektrofotometer Serapan Atom (SSA) beserta kelengkapannya (lampu katoda Cd dan Pb) terkalibrasi (sebaiknya menggunakan SSA tungku grafit);
- tanur terkalibrasi dengan ketelitian 1 °C;
- neraca analitik terkalibrasi dengan ketelitian 0,1 mg;
- pemanas listrik;
- penangas air;
- pipet ukur berskala 0,05 mL atau mikro buret terkalibrasi;
- labu ukur 1 000 mL, 100 mL, dan 50 mL terkalibrasi;
- gelas ukur 10 mL;
- gelas piala 250 mL;
- botol polipropilen;
- cawan porselen/platina/kuarsa 50 mL sampai dengan 100 mL; dan
- kertas saring tidak berabu dengan spesifikasi *particle retention liquid* 20 µm sampai dengan 25 µm.

A.8.1.3 Perekasi

- asam nitrat, HNO₃ pekat;
- asam klorida, HCl pekat;
- larutan asam nitrat, HNO₃ 0,1 N;
encerkan 7 mL HNO₃ pekat dengan aquabedes dalam labu ukur 1 000 mL sampai tanda garis.
- larutan asam klorida, HCl 6 N;
encerkan 500 mL HCl pekat dengan aquabedes dalam labu ukur 1 000 mL sampai tanda garis.
- larutan baku 1 000 µg/mL Cd;
larutkan 1,000 g Cd dengan 7 mL HNO₃ pekat dalam gelas piala 250 mL dan masukkan ke dalam labu ukur 1 000 mL kemudian encerkan dengan aquabedes sampai tanda garis, atau bisa digunakan larutan baku Cd 1 000 µg/mL siap pakai.
- larutan baku 200 µg/mL Cd;
pipet 10 mL larutan baku 1 000 µg/mL Cd ke dalam labu ukur 50 mL kemudian encerkan dengan aquabedes sampai tanda garis kemudian dikocok. Larutan baku kedua ini memiliki konsentrasi 200 µg/mL Cd.
- larutan baku 20 µg/mL Cd;
pipet 10 mL larutan baku 200 µg/mL Cd ke dalam labu ukur 100 mL kemudian encerkan dengan aquabedes sampai tanda garis kemudian dikocok. Larutan baku ketiga ini memiliki konsentrasi 20 µg/mL Cd.
- larutan baku kerja Cd;
pipet ke dalam labu ukur 100 mL masing-masing sebanyak 0 mL, 0,5 mL, 1 mL; 2 mL; 4 mL; 7 mL dan 9 mL larutan baku 20 µg/mL kemudian tambahkan 5 mL larutan HNO₃ 1 N atau HCl 6 N, dan encerkan dengan aquabedes sampai tanda garis kemudian kocok. Larutan baku kerja ini memiliki konsentrasi 0 µg/mL; 0,1 µg/mL; 0,2 µg/mL; 0,4 µg/mL; 0,8 µg/mL; 1,4 µg/mL dan 1,8 µg/mL Cd.
- larutan baku 1000 µg/mL Pb;

larutkan 1,000 g Pb dengan 7 mL HNO₃ pekat dalam gelas piala 250 mL dan masukkan ke dalam labu ukur 1 000 mL kemudian encerkan dengan aquabedes sampai tanda garis, atau bisa digunakan larutan baku Pb 1 000 µg/mL siap pakai.

- j) larutan baku 50 µg/mL Pb; dan
pipet 5,0 mL larutan baku 1 000 µg/mL Pb ke dalam labu ukur 100 mL dan encerkan dengan aquabedes sampai tanda garis kemudian kocok. Larutan baku kedua ini memiliki konsentrasi Pb 50 µg/mL.
- k) larutan baku kerja Pb;
pipet ke dalam labu ukur 100 mL masing-masing sebanyak 0 mL, 0,2 mL; 0,5 mL; 1 mL; 2 mL; 3 mL dan 4 mL larutan baku 50 µg/mL kemudian tambahkan 5 mL larutan HNO₃ 1 N atau HCl 6 N, dan encerkan dengan aquabedes sampai tanda garis kemudian kocok. Larutan baku kerja ini memiliki konsentrasi 0 µg/mL; 0,1 µg/mL; 0,25 µg/mL; 0,5 µg/mL; 1,0 µg/mL; 1,5 µg/mL dan 2,0 µg/mL Pb.

A.8.1.4 Cara kerja

- a) Timbang 10 g sampai dengan 20 g contoh uji (W) dengan teliti dalam cawan porselen/ platina/ kuarsa;
- b) tempatkan cawan berisi contoh uji di atas pemanas listrik dan panaskan secara bertahap sampai contoh uji tidak berasap lagi;
- c) lanjutkan pengabuan dalam tanur (450 ± 5) °C sampai abu berwarna putih, bebas dari karbon;
- d) apabila abu belum bebas dari karbon yang ditandai dengan warna keabu-abuan, basahkan dengan beberapa tetes air dan tambahkan tetes demi tetes HNO₃ pekat kira-kira 0,5 mL sampai dengan 3 mL;
- e) keringkan cawan di atas pemanas listrik dan masukkan kembali ke dalam tanur pada suhu (450 ± 5) °C kemudian lanjutkan pemanasan sampai abu menjadi putih. Penambahan HNO₃ pekat dapat diulangi apabila abu masih berwarna keabu-abuan;
- f) larutkan abu berwarna putih dalam 5 mL HCl 6 N, sambil dipanaskan di atas pemanas listrik atau penangas air sampai kering, kemudian larutkan dengan HNO₃ 0,1 N dan masukkan ke dalam labu ukur 50 mL kemudian tepatkan hingga tanda garis dengan air suling (V), jika perlu, saring larutan menggunakan kertas saring ke dalam botol polipropilen;
- g) siapkan larutan blanko dengan penambahan pereaksi dan perlakuan yang sama seperti contoh;
- h) baca absorbans larutan baku kerja dan larutan contoh terhadap blanko menggunakan SSA pada panjang gelombang maksimal sekitar 228,8 nm untuk Cd dan 283,3 nm untuk Pb;
- i) buat kurva kalibrasi antara konsentrasi logam (µg/mL) sebagai sumbu X dan absorbans sebagai sumbu Y;
- j) plot hasil pembacaan larutan contoh terhadap kurva kalibrasi (C); dan
- k) hitung kandungan logam dalam contoh.

A.8.1.5 Perhitungan

$$\text{Kandungan logam (mg/kg)} = \frac{C}{W} \times V$$

Keterangan:

- C adalah konsentrasi logam dari kurva kalibrasi, dinyatakan dalam mikrogram per mililiter (µg/mL);
- V adalah volume larutan akhir, dinyatakan dalam mililiter (mL); dan
- W adalah bobot contoh uji, dinyatakan dalam gram (g).

A.8.1.6 Ketelitian

Kisaran hasil dua kali ulangan maksimal 16% dari nilai rata-rata hasil kandungan logam. Jika kisaran lebih besar dari 16%, maka uji harus diulang kembali.

A.8.2 Timah (Sn)

A.8.2.1 Prinsip

Contoh didestruksi dengan HNO_3 dan HCl kemudian tambahkan KCl untuk mengurangi gangguan. Sn dibaca menggunakan Spektrofotometer Serapan Atom (SSA) pada panjang gelombang maksimal 235,5 nm dengan nyala oksidasi $\text{N}_2\text{O}-\text{C}_2\text{H}_2$.

A.8.2.2 Peralatan

- a) Spektrofotometer Serapan Atom (SSA) beserta kelengkapannya (lampu katoda Sn) terkalibrasi;
- b) tanur terkalibrasi dengan ketelitian 1 °C;
- c) neraca analitik terkalibrasi dengan ketelitian 0,1 mg;
- d) pemanas listrik;
- e) penangas air;
- f) labu ukur 1000 mL, 100 mL, dan 50 mL terkalibrasi;
- g) pipet ukur 10 mL dan 5 mL berskala 0,1 mL, terkalibrasi;
- h) Erlenmeyer 250 mL;
- i) gelas ukur 50 mL; dan
- j) gelas piala 250 mL.

A.8.2.3 Pereaksi

- a) Larutan kalium klorida, 10 mg/mL K;
larutkan 1,91 g KCl dengan air menjadi 100 mL.
- b) asam nitrat pekat, HNO_3 pekat;
- c) asam klorida pekat, HCl pekat;
- d) larutan baku 1000 $\mu\text{g/mL}$ Sn; dan
larutkan 1,000 mg Sn dengan 200 mL HCl pekat dalam labu ukur 1 000 mL, tambahkan 200 mL air suling, dinginkan pada suhu ruang dan encerkan dengan air suling sampai tanda garis.
- e) larutan baku kerja Sn.
pipet 10 mL HCl pekat dan 1,0 mL larutan KCl ke dalam masing-masing labu ukur 100 mL. Tambahkan masing-masing 0 mL; 0,5 mL; 1,0 mL; 1,5 mL; 2,0 mL dan 2,5 mL larutan baku 1000 $\mu\text{g/mL}$ Sn dan encerkan dengan air suling sampai tanda garis. Larutan baku kerja ini memiliki konsentrasi 0 $\mu\text{g/mL}$; 5 $\mu\text{g/mL}$; 10 $\mu\text{g/mL}$; 15 $\mu\text{g/mL}$; 20 $\mu\text{g/mL}$ dan 25 $\mu\text{g/mL}$ Sn.

A.8.2.4 Cara kerja

- a) Timbang 10 g sampai dengan 20 g (W) dengan teliti ke dalam Erlenmeyer 250 mL, tambahkan 30 mL HNO_3 pekat dan biarkan 15 menit;
- b) panaskan perlahan selama 15 menit di dalam lemari asam, hindari terjadinya percikan yang berlebihan;
- c) lanjutkan pemanasan sehingga sisa volume 3 mL sampai dengan 6 mL atau sampai contoh mulai kering pada bagian bawahnya, hindari terbentuknya arang;

- d) angkat Erlenmeyer dari pemanas listrik, tambahkan 25 mL HCl pekat, dan panaskan selama 15 menit sampai letupan dari uap Cl_2 berhenti;
- e) tingkatkan pemanasan dan didihkan sehingga sisa volume 10 mL sampai dengan 15 mL;
- f) tambahkan 40 mL air suling, aduk, dan tuangkan ke dalam labu ukur 100 mL, bilas Erlenmeyer tersebut dengan 10 mL air suling (V);
- g) tambahkan 1,0 mL KCl, dinginkan pada suhu ruang, tepatkan dengan air suling sampai tanda garis dan saring;
- h) siapkan larutan blanko dengan penambahan pereaksi dan perlakuan yang sama seperti contoh;
- i) baca absorbans larutan baku kerja dan larutan contoh terhadap blanko menggunakan SSA pada panjang gelombang maksimal 235,5 nm dengan nyala oksidasi $\text{N}_2\text{O}-\text{C}_2\text{H}_2$;
- j) buat kurva kalibrasi antara konsentrasi logam ($\mu\text{g/mL}$) sebagai sumbu X dan absorbans sebagai sumbu Y;
- k) plot hasil pembacaan larutan contoh terhadap kurva kalibrasi (C);
- l) lakukan pengerjaan duplo; dan
- m) hitung kandungan Sn dalam contoh.

A.8.2.5 Perhitungan

$$\text{Kandungan timah (Sn) (mg/kg)} = \frac{C}{W} \times V$$

Keterangan:

C adalah konsentrasi logam dari kurva kalibrasi, dinyatakan dalam mikrogram per mililiter ($\mu\text{g/mL}$)

V adalah volume larutan akhir, dinyatakan dalam mililiter (mL);

W adalah bobot contoh uji, dinyatakan dalam gram (g).

A.8.2.6 Ketelitian

Kisaran hasil dua kali ulangan maksimal 16% dari nilai rata-rata hasil kandungan timah (Sn). Jika kisaran lebih besar dari 16%, maka uji harus diulang kembali.

A.8.3 Merkuri (Hg)

A.8.3.1 Prinsip

Reaksi antara senyawa merkuri dengan NaBH_4 atau SnCl_2 dalam keadaan asam akan membentuk gas atomik Hg. Jumlah Hg yang terbentuk sebanding dengan absorbans Hg yang dibaca menggunakan Spektrofotometer Serapan Atom (SSA) tanpa nyala pada panjang gelombang maksimal 253,7 nm.

A.8.3.2 Peralatan

- a) Spektrofotometer Serapan Atom (SSA) yang dilengkapi lampu katoda Hg dan generator uap hidrida (HVG);
- b) *microwave digester*;
- c) neraca analitik terkalibrasi dengan ketelitian 0,1 mg;
- d) pemanas listrik;
- e) pendingin terbuat dari borosilikat, diameter 12 mm sampai dengan 18 mm, tinggi 400 mm diisi dengan cincin *Raschig* setinggi 100 mm, dan dilapisi dengan batu didih berdiameter 4 mm di atas cincin setinggi 20 mm;

- f) tabung destruksi;
- g) labu destruksi 250 mL berdasar bulat;
- h) labu ukur 1 000 mL, 500 mL, 100 mL dan 50 mL terkalibrasi;
- i) gelas ukur 25 mL;
- j) pipet ukur berskala 0,05 mL atau mikro buret terkalibrasi; dan
- k) gelas piala 500 mL

A.8.3.3 Pereaksi

- a) Larutan asam sulfat, H_2SO_4 9 M;
- b) larutan asam nitrat, HNO_3 7 M;
- c) campuran HNO_3 : HClO_4 (1:1);
- d) hidrogen peroksida, H_2O_2 pekat;
- e) larutan natrium molibdat, $\text{NaMoO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ 2%;
- f) larutan pereduksi;
campurkan 50 mL H_2SO_4 dengan 300 mL air suling dalam gelas piala 500 mL dan dinginkan sampai suhu ruang kemudian tambahkan 15 g NaCl, 15 g hidroksilamin sulfat, dan 25 g SnCl_2 . Pindahkan kedalam labu ukur 500 mL dan encerkan dengan air suling sampai tanda garis.
- g) larutan natrium borohidrida, NaBH_4 ;
larutkan 3 g serbuk NaBH_4 dan 3 g NaOH dengan air suling dalam labu ukur 500 mL.
- h) larutan pengencer;
masukkan 300 mL sampai dengan 500 mL air suling kedalam labu ukur 1 000 mL dan tambahkan 58 mL HNO_3 kemudian tambahkan 67 mL H_2SO_4 . Encerkan dengan air suling sampai tanda garis dan kocok.
- i) larutan baku 1 000 $\mu\text{g/mL}$ Hg;
larutkan 0,1354 g HgCl_2 dengan kira-kira 25 mL air suling dalam gelas piala 250 mL dan masukkan ke dalam labu ukur 100 mL kemudian encerkan dengan air suling sampai tanda garis.
- j) larutan baku 1 $\mu\text{g/mL}$ Hg;
pipet 1 mL larutan baku 1 000 $\mu\text{g/mL}$ Hg ke dalam labu ukur 1000 mL dan encerkan dengan larutan pengencer sampai tanda garis kemudian kocok. Larutan baku kedua ini memiliki konsentrasi 1 $\mu\text{g/mL}$.
- k) larutan baku kerja Hg; dan
pipet masing-masing 0,25 mL; 0,5 mL; 1 mL; dan 2 mL larutan baku 1 $\mu\text{g/mL}$ ke dalam labu ukur 100 mL terpisah dan encerkan dengan larutan pengencer sampai tanda garis. Larutan baku kerja ini memiliki konsentrasi 0,002 5 $\mu\text{g/mL}$; 0,005 $\mu\text{g/mL}$; 0,01 $\mu\text{g/mL}$; 0,02 $\mu\text{g/mL}$ Hg.
- l) batu didih.

A.8.3.4 Cara kerja

A.8.3.4.1 Pengabuan basah

- a) Timbang 5 g contoh uji (W) dengan teliti ke dalam labu destruksi dan tambahkan 25 mL H_2SO_4 9 M, 20 mL HNO_3 7 M, 1 mL larutan natrium molibdat 2%, dan 5 butir sampai dengan 6 butir batu didih;
- b) hubungkan labu destruksi dengan pendingin dan panaskan di atas pemanas listrik selama 1 jam. Hentikan pemanasan dan biarkan selama 15 menit;
- c) tambahkan 20 mL campuran HNO_3 : HClO_4 (1:1) melalui pendingin;
- d) hentikan aliran air pada pendingin dan panaskan dengan panas tinggi hingga timbul uap putih. Lanjutkan pemanasan selama 10 menit dan dinginkan;

- e) tambahkan 10 mL air suling melalui pendingin dengan hati-hati sambil labu digoyang-goyangkan;
- f) didihkan lagi selama 10 menit;
- g) matikan pemanas dan cuci pendingin dengan 15 mL air suling sebanyak 3 kali kemudian dinginkan sampai suhu ruang;
- h) pindahkan larutan destruksi contoh ke dalam labu ukur 100 mL secara kuantitatif dan encerkan dengan air suling sampai tanda garis (V);
- i) pipet 25 mL larutan di atas ke dalam labu ukur 100 mL dan encerkan dengan larutan pengencer sampai tanda garis;
- j) siapkan larutan blanko dengan penambahan pereaksi dan perlakuan yang sama seperti contoh;
- k) tambahkan larutan pereduksi ke dalam larutan baku kerja Hg, larutan contoh, dan larutan blanko pada alat HVG;
- l) baca absorbans larutan baku kerja, larutan contoh, dan larutan blanko menggunakan SSA tanpa nyala pada panjang gelombang 253,7 nm;
- m) buat kurva kalibrasi antara konsentrasi logam ($\mu\text{g/mL}$) sebagai sumbu X dan absorbans sebagai sumbu Y;
- n) plot hasil pembacaan larutan contoh terhadap kurva kalibrasi (C);
- o) lakukan pengerjaan duplo; dan
- p) hitung kandungan Hg dalam contoh.

A.8.3.4.2 Destruksi menggunakan *microwave digester* atau destruksi sistem tertutup

- a) Timbang 1 g contoh uji (W) ke dalam tabung destruksi dan tambahkan 5 mL HNO_3 , 1 mL H_2O_2 kemudian tutup rapat;
- b) masukkan ke dalam *microwave digester* dan kerjakan sesuai dengan petunjuk pemakaian alat;
- c) pindahkan larutan destruksi contoh ke dalam labu ukur 50 mL secara kuantitatif dan encerkan dengan air suling sampai tanda garis (V);
- d) siapkan larutan blanko dengan penambahan pereaksi dan perlakuan yang sama seperti contoh;
- e) tambahkan larutan pereduksi ke dalam larutan baku kerja, larutan contoh, dan larutan blanko pada alat HVG;
- f) baca absorbans larutan baku kerja, larutan contoh, dan larutan blanko menggunakan SSA tanpa nyala pada panjang gelombang 253,7 nm;
- g) buat kurva kalibrasi antara konsentrasi logam ($\mu\text{g/mL}$) sebagai sumbu X dan absorbans sebagai sumbu Y;
- h) plot hasil pembacaan larutan contoh terhadap kurva kalibrasi (C);
- i) lakukan pengerjaan duplo; dan
- j) hitung kandungan Hg dalam contoh.

A.8.3.5 Perhitungan

$$\text{Kandungan merkuri (Hg) (mg/kg)} = \frac{C}{W} \times V \times fp$$

Keterangan:

- C adalah konsentrasi logam dari kurva kalibrasi, dinyatakan dalam mikrogram per mililiter ($\mu\text{g/mL}$);
- V adalah volume larutan akhir, dinyatakan dalam mililiter (mL);
- W adalah bobot contoh uji, dinyatakan dalam gram (g);
- fp adalah faktor pengenceran.

A.8.3.6 Ketelitian

Kisaran hasil dua kali ulangan maksimal 16% dari nilai rata-rata hasil kandungan merkuri (Hg). Jika kisaran lebih besar dari 16%, maka uji harus diulang kembali.

A.9 Cemarkan arsen (As)

A.9.1 Prinsip

Contoh didestruksi dengan asam menjadi larutan arsen. Larutan As^{5+} direduksi dengan KI menjadi As^{3+} dan direaksikan dengan NaBH_4 atau SnCl_2 sehingga terbentuk AsH_3 yang kemudian dibaca dengan Spektrofotometer Serapan Atom (SSA) pada panjang gelombang maksimal 193,7 nm.

A.9.2 Peralatan

- Spektrofotometer Serapan Atom (SSA) yang dilengkapi dengan lampu katoda As dan generator uap hidrida (HVG) terkalibrasi;
- tanur terkalibrasi dengan ketelitian 1°C ;
- microwave digester*;
- neraca analitik terkalibrasi dengan ketelitian 0,1 mg;
- pemanas listrik;
- burner* atau *bunsen*;
- labu *Kjeldahl* 250 mL;
- labu berbahan borosilikat berdasar bulat 50 mL;
- labu ukur 50 mL, 100 mL, 500 mL, dan 1 000 mL terkalibrasi;
- gelas ukur 25 mL;
- pipet volumetrik 25 mL terkalibrasi;
- pipet ukur berskala 0,05 mL atau mikro buret terkalibrasi;
- cawan porselen 50 mL; dan
- gelas piala 200 mL.

A.9.3 Pereaksi

- Asam nitrat, HNO_3 pekat;
- asam sulfat, H_2SO_4 pekat;
- asam perklorat, HClO_4 pekat;
- ammonium oksalat; $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$ jenuh
- hidrogen peroksida, H_2O_2 pekat;
- larutan natrium borohidrida, NaBH_4 4%;
larutkan 3 g NaBH_4 dan 3 g NaOH dengan air suling sampai tanda garis kedalam labu ukur 500 mL.
- larutan asam klorida, HCl 8 M;
larutkan 66 mL HCl pekat kedalam labu ukur 100 mL dan encerkan dengan air suling sampai tanda garis.
- larutan timah (II) klorida, $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 10%;
timbang 50 g $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ke dalam gelas piala 200 mL dan tambahkan 100 mL HCl 37%. Panaskan hingga larutan jernih dan dinginkan kemudian tuangkan ke dalam labu ukur 500 mL dan encerkan dengan air suling sampai tanda garis.
- larutan kalium iodida, KI 20%;

timbang 20 g KI ke dalam labu ukur 100 mL dan encerkan dengan air suling sampai tanda garis (larutan harus dibuat langsung sebelum digunakan).

- j) larutan $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2$ 75 mg/mL;
Larutkan 3,75 g MgO dengan 30 mL H_2O secara hati-hati, tambahkan 10 mL HNO_3 , dinginkan dan encerkan hingga 50 mL dengan air suling;
- k) larutan baku 1 000 $\mu\text{g/mL}$ As;
larutkan 1,3203 g As_2O_3 kering dengan sedikit NaOH 20% dan netralkan dengan HCl atau HNO_3 1:1 (1 bagian asam : 1 bagian air). Masukkan ke dalam labu ukur 1 000 mL dan encerkan dengan air suling sampai tanda garis.
- l) larutan baku 100 $\mu\text{g/mL}$ As;
pipet 10 mL larutan baku As 1 000 $\mu\text{g/mL}$ ke dalam labu ukur 100 mL dan encerkan dengan air suling sampai tanda garis. Larutan baku kedua ini memiliki konsentrasi 100 $\mu\text{g/mL}$ As.
- m) larutan baku 1 $\mu\text{g/mL}$ As; dan
pipet 1 mL larutan baku As 100 $\mu\text{g/mL}$ ke dalam labu ukur 100 mL dan encerkan dengan air suling sampai tanda garis. Larutan baku ketiga ini memiliki konsentrasi 1 $\mu\text{g/mL}$ As.
- n) larutan baku kerja As.
pipet masing-masing 1,0 mL; 2,0 mL; 3,0 mL; 4,0 mL dan 5,0 mL larutan baku 1 $\mu\text{g/mL}$ As ke dalam labu ukur 100 mL terpisah dan encerkan dengan air suling sampai tanda garis kemudian kocok. Larutan baku kerja ini memiliki konsentrasi 0,01 $\mu\text{g/mL}$; 0,02 $\mu\text{g/mL}$; 0,03 $\mu\text{g/mL}$; 0,04 $\mu\text{g/mL}$ dan 0,05 $\mu\text{g/mL}$ As.

A.9.4 Cara kerja

A.9.4.1 Pengabuan basah

- a) Timbang 5 g sampai dengan 10 g contoh uji (W) kedalam labu Kjeldahl 250 mL, tambahkan 5 mL sampai dengan 10 mL HNO_3 pekat dan 4 mL sampai dengan 8 mL H_2SO_4 pekat dengan hati-hati;
- b) setelah reaksi selesai, panaskan dan tambahkan HNO_3 pekat sedikit demi sedikit sehingga contoh berwarna coklat atau kehitaman;
- c) tambahkan 2 mL HClO_4 70% sedikit demi sedikit dan panaskan lagi sehingga larutan menjadi jernih atau berwarna kuning (jika terjadi pengarangan setelah penambahan HClO_4 , tambahkan lagi sedikit HNO_3 pekat),
- d) dinginkan, tambahkan 15 mL H_2O dan 5 mL $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$ jenuh;
- e) panaskan sehingga timbul uap SO_3 di leher labu;
- f) dinginkan, pindahkan secara kuantitatif ke dalam labu ukur 50 mL dan encerkan dengan air suling sampai tanda garis (V);
- g) pipet 25 mL larutan diatas dan tambahkan 2 mL HCl 8 M, 0,1 mL KI 20% kemudian kocok dan biarkan minimal 2 menit;
- h) siapkan larutan blanko dengan penambahan pereaksi dan perlakuan yang sama seperti contoh;
- i) tambahkan larutan pereduksi (NaBH_4) ke dalam larutan baku kerja As, larutan contoh, dan larutan blanko pada alat HVG;
- j) baca absorbans larutan baku kerja, larutan contoh, dan larutan blanko menggunakan SSA tanpa nyala pada panjang gelombang maksimal 193,7 nm;
- k) buat kurva kalibrasi antara konsentrasi logam ($\mu\text{g/mL}$) sebagai sumbu X dan absorbans sebagai sumbu Y;
- l) plot hasil pembacaan larutan contoh terhadap kurva kalibrasi (C);
- m) lakukan pengerjaan duplo; dan
- n) hitung kandungan As dalam contoh.

A.9.4.2 Destruksi menggunakan *microwave digester* atau destruksi sistem tertutup

- Timbang 1 g contoh uji (W) ke dalam tabung destruksi dan tambahkan 5 mL HNO₃, 1 mL H₂O₂ kemudian tutup rapat;
- masukkan ke dalam *microwave digester* dan kerjakan sesuai dengan petunjuk pemakaian alat;
- setelah dingin, pindahkan larutan destruksi ke dalam labu ukur 25 mL secara kuantitatif dan encerkan dengan air suling sampai tanda garis (V);
- pipet 10 mL larutan destruksi ke dalam labu borosilikat berdasar bulat 50 mL, tambahkan 1 mL larutan Mg(NO₃)₂, Uapkan di atas pemanas listrik hingga kering dan arangkan. Abukan dalam tanur dengan suhu 450 °C (± 1 jam);
- dinginkan, larutkan dengan 2,0 mL HCl 8 M, 0,1 mL KI 20% dan biarkan minimal 2 menit. Tuangkan larutan tersebut ke dalam tabung contoh pada alat;
- siapkan NaBH₄ dan HCl dalam tempat yang sesuai dengan yang ditentukan oleh alat;
- tuangkan larutan baku kerja As 0,01 µg/mL; 0,02 µg/mL; 0,03 µg/mL; 0,04 µg/mL; 0,05 µg/mL serta blanko ke dalam 6 tabung contoh lainnya. Nyalakan *burner* atau *bunsen* serta tombol pengatur aliran pereaksi dan aliran contoh;
- baca nilai absorbans tertinggi larutan baku kerja As dan contoh dengan blanko sebagai koreksi;
- buat kurva kalibrasi antara konsentrasi As (µg/mL) sebagai sumbu X dan absorbans sebagai sumbu Y;
- plot hasil pembacaan larutan contoh terhadap kurva kalibrasi (C);
- lakukan pengerjaan duplo; dan
- hitung kandungan As dalam contoh.

A.9.5 Perhitungan

$$\text{Kandungan cemaran arsen (As) (mg/kg)} = \frac{C}{W} \times V \times fp$$

Keterangan:

- C adalah konsentrasi cemaran As dari kurva kalibrasi, dinyatakan dalam mikrogram per mililiter (µg/mL)
 V adalah volume larutan akhir, dinyatakan dalam mililiter (mL);
 W adalah bobot contoh, dinyatakan dalam gram (g);
 fp adalah faktor pengenceran.

A.9.6 Ketelitian

Kisaran hasil dua kali ulangan maksimal 16% dari nilai rata-rata hasil kandungan arsen (As). Jika kisaran lebih besar dari 16%, maka uji harus diulang kembali.

Bibliografi

SNI 7387:2009, Batas maksimum cemaran logam berat dalam pangan

American Oil Chemists' Society. 1993. *AOCS Official Method Cc 13b-45, Color, Wesson Method Using Color glasses Calibrated in Accordance with the AOCS tintometer Color Scale*. AOCS Press.

AOCS 1993. Official Method Ca 3a-46. Insoluble Impurities. Sampling and Analysis of Commercial Fats and Oils.

Association of Official Analytical Chemistry. 2005. *AOAC Official Method 986.15, Arsenic, Cadmium, Lead, Selenium, and Zinc in Human and Pet Foods, Multielement Method*, 18th Edition, Chapter 9.1.01.

Association of Official Analytical Chemistry. 2005. *AOAC Official Method 999.11, Lead, Cadmium, Copper, Iron, and Zinc*. 18th Edition, Chapter 9.1.09.

Association of Official Analytical Chemistry. 2005. *AOAC Official Method 920.160, Saponification Number (Koettstorfer Number) of Oils and Fats*, 18th Edition, Chapter 41.1.18.

Association of Official Analytical Chemistry. 2005. *AOAC Official Method 920.116, Moisture in Butter*, 18th Edition, Chapter 33.6.03.

Association of Official Analytical Chemistry. 2005. *AOAC Official Method 920.160, Fatty Acids (Free) in Crude and Refined Oils*, 18th Edition, Chapter 41.1.21.

Association of Official Analytical Chemistry. 2005. *AOAC Official Method 933.08, Residue (Unsaponifiable) of Oils and Fats*, 18th Edition, Chapter 41.1.39.

Association of Official Analytical Chemistry. 2005. *AOAC Official Method 971.21, Mercury in Foods, Flameless Atomic Absorption Spectrophotometric Method*, 18th Edition, Chapter 9.2.22.

Association of Official Analytical Chemistry. 2005. *AOAC Official Method 985.61, Tin in Canned Foods, Atomic Absorption Spectrophotometric Method*, 18th Edition, Chapter 9.2.35.

Badan Pengawas Obat dan Makanan Republik Indonesia. 2006. *Kategori Pangan*. Kategori Pangan 05.0.

CODEX Alimentarius Commission Volume 13 General Guideline on Sampling CAC/GL 50-2004





BADAN STANDARDISASI NASIONAL - BSN
Gedung Manggala Wanabakti Blok IV Lt. 3,4,7,10
Jl. Jend. Gatot Subroto, Senayan Jakarta 10270
Telp: 021- 574 7043; Faks: 021- 5747045; e-mail : bsn@bsn.go.id